

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 公 開 特 許 公 報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-172469

(P2004-172469A)

(43) 公開日 平成16年6月17日(2004.6.17)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>		F 1	テーマコード (参考)	
H 0 1 F	1/20	H 0 1 F	1/20	4 K O 1 7
B 2 2 F	1/00	B 2 2 F	1/00	Y 4 K O 1 8
B 2 2 F	9/08	B 2 2 F	9/08	A 5 E O 4 1
C 2 2 C	38/00	C 2 2 C	38/00	3 O 3 T
C 2 2 C	38/06	C 2 2 C	38/06	
		審査請求	未請求	請求項の数 3 O L (全 7 頁) 最終頁に続く
(21) 出願番号	特願2002-338199 (P2002-338199)		(71) 出願人	000003713
(22) 出願日	平成14年11月21日 (2002.11.21)			大同特殊鋼株式会社
				愛知県名古屋市中区錦一丁目 1 1 番 1 8 号
			(74) 代理人	100090022
				弁理士 長門 侃二
			(74) 代理人	100116447
				弁理士 山中 純一
			(72) 発明者	武本 聡
				愛知県名古屋市南区大同町二丁目 3 0 番地
				大同特殊鋼株式会社技術開発研究所内
			(72) 発明者	斉藤 貴伸
				愛知県名古屋市南区大同町二丁目 3 0 番地
				大同特殊鋼株式会社技術開発研究所内
		最終頁に続く		

(54) 【発明の名称】 軟磁性粉末とその製造方法

## (57) 【要約】

【課題】 コアロスが小さい圧粉磁心用の原料である軟磁性粉末とその製造方法を提供する。

【解決手段】  $D_{50}$  値が  $5 \sim 60 \mu m$ 、アスペクト比が  $1.1 \sim 2.5$  であり、かつ含有酸素の濃度が  $0.01 \sim 0.15$  質量%である軟磁性粉末。

【選択図】 なし

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

D<sub>50</sub> 値が 5～60 μm、アスペクト比が 1.1～2.5 であり、かつ含有酸素の濃度が 0.01～0.15 質量%であることを特徴とする軟磁性粉末。

## 【請求項 2】

Si: 7～11 質量%、Al: 4～8 質量%、残部が実質的に Fe である請求項 1 の軟磁性粉末。

## 【請求項 3】

軟磁性粉末を水アトマイズ法で製造する際に、軟磁性合金の溶湯の周囲を非酸化性雰囲気とし、かつ、少なくとも水を用いて製造することを特徴とする軟磁性粉末の製造方法。

10

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

## 【発明の属する技術分野】

本発明は軟磁性粉末との製造方法に関し、更に詳しくは、圧粉磁心の原料として用いたときに、当該圧粉磁心のコアロス従来になく低減させることができる軟磁性粉末とそれを水アトマイズ法で製造する方法に関する。

## 【0002】

## 【従来の技術】

圧粉磁心は、対象製品が小型・複雑な形状であっても高い歩留まりで製造することができ、現在、OA 機器や自動車部品などの制御用スイッチング電源や DC-DC コンバータのチョークコイルとして多用されている。また、ノイズフィルタ、バッテリー充電用トランスなどのコアとしても多く用いられている。

20

## 【0003】

この圧粉磁心は、概ね、次のようにして製造されている。

まず、所定組成の軟磁性合金に対し、機械粉砕法やアトマイズ法などを適用して、所望する形状と粒度の軟磁性粉末を製造する。

ついで、この軟磁性粉末に所定量の絶縁材料とバインダ成分を均一に混合して、軟磁性粉末の表面を絶縁皮膜で被覆する。

## 【0004】

得られた混合物を所定形状の金型に充填したのち所定の圧力でプレス成形して圧粉磁心のグリーンを得る。

30

そして最後に、上記グリーンに所定温度で熱処理を施して、プレス成形時に蓄積された成形歪みを解放し、目的の圧粉磁心にする。

上記した一連の製造工程において、軟磁性粉末の製造に関しては、従来は機械粉砕法が広く採用されてきたが、最近ではアトマイズ法で粉末を製造するケースが増えている。

## 【0005】

このアトマイズ法は、一般に、容器内で調製した軟磁性合金の溶湯を容器のノズルから噴霧し、その微小液滴を冷却・凝固する方法であるが、用いる冷媒との関係からガスアトマイズ法と水アトマイズ法に大別される。

そして、ガスアトマイズ法の場合は、通常、粉末形状が丸みを帯びており、他方、水アトマイズ法の場合は、粉末形状が異形になりやすくまたその表面が凹凸に富んでいる。前者の粉末で圧粉磁心を製造すると、その相対密度は高くなるものの反磁界係数は大きくなり、結局、高透磁率の圧粉磁心を得にくいという問題がある。

40

## 【0006】

後者の粉末を用いると、得られる圧粉磁心の透磁率も高くなるが、相対密度が低くなり、高い重畳特性が得られないという問題がある。また、異形状であるため絶縁性が低下し、渦電流増大の虞がある。このような水アトマイズ法による軟磁性粉末の製造に関しては、粉末を 2 次元的に観察したときの長軸と短軸の比（アスペクト比）を 1.1～2.5 に調整した軟磁性粉末が知られている（例えば、特許文献 1 を参照）。

## 【0007】

50

## 【特許文献1】

特開平11-152504号公報

## 【0008】

## 【発明が解決しようとする課題】

ところで、前記したような電源などに対する高効率化駆動の要求に対応して、それに用いる圧粉磁心に対しては、低コアロス化への要求がますます強まっている。この低コアロス化を実現するためには、圧粉磁心のヒステリシス損と渦電流損を低減することが必要になる。

## 【0009】

しかしながら、前記した特許文献1に記載の製造方法の場合、その製造環境は大気中であるため、液滴が熔融状態から凝固状態に移行する過程で表面に酸化物などが薄層状に生成し、これがいまだ熔融状態にある液滴内部に巻き込まれ、固化に伴って粉末内部に残留するという問題が起こる。すなわち、粉末における酸素濃度が上昇する。このような酸化物を内包して酸素濃度が高い粉末は、それを用いて製造した圧粉磁心の保磁力が大きくなり、ヒステリシス損の増大を招き、結局、低コアロスの圧粉磁心の原料としては不適切になる。

## 【0010】

本発明は、水アトマイズ法で製造した軟磁性粉末における上記した問題を解決し、従来の水アトマイズ法による粉末に比べて酸素濃度が1桁以上低く、また同時に微細であるため、これを用いて製造した圧粉磁心のヒステリシス損が小さく、また同時に渦電流損も小さく、総合してコアロスの低減を可能にする軟磁性粉末とその製造方法の提供を目的とする。

## 【0011】

## 【課題を解決するための手段】

上記した目的を達成するために、本発明においては、 $D_{50}$  値が $5 \sim 60 \mu m$ 、アスペクト比が $1.1 \sim 2.5$ であり、かつ含有酸素の濃度が $0.01 \sim 0.15$ 質量%であることを特徴とする軟磁性粉末、好ましくは、その組成が、 $Si : 7 \sim 11$ 質量%、 $Al : 4 \sim 8$ 質量%、残部が実質的に $Fe$ である軟磁性粉末が提供される。

## 【0012】

また、本発明においては、軟磁性粉末を水アトマイズ法で製造する際に、軟磁性合金の溶湯の周囲を非酸化性雰囲気とし、かつ、少なくとも水を用いて製造することを特徴とする軟磁性粉末の製造方法が提供される。

## 【0013】

## 【発明の実施の形態】

本発明の軟磁性粉末は、後述する態様の水アトマイズ法で製造された粉末であり、次のような特徴を備えている。

まず第1の特徴は、 $D_{50}$  値が $5 \sim 60 \mu m$ の範囲内にある微細粉末であるということである。この $D_{50}$  値は、製造する圧粉磁心の特性面では渦電流損の大小を規定する因子である。

## 【0014】

$D_{50}$  値が $60 \mu m$ より大きい場合は、粉末は全体として粗大化していて圧粉磁心の渦電流損を高めてコアロスの増大を招くとともに、圧粉磁心の相対密度が低下するので高透磁率化が困難になる。

$D_{50}$  値が $5 \mu m$ より小さい場合には、粉末は微細でありすぎるため、成形時に多くのバインダ成分が必要となり、その結果、相対密度の低下、低透磁率を招くようになる。また実際には、このように微細な粉末を水アトマイズ法で製造することは困難である。

## 【0015】

なお、ここでいう $D_{50}$  値とは、粉末の重量を小粒径のものから積算し、その積算重量が粉末全体の50%になったときにおける粒径で定義される粒径のことをいう。

第2の特徴は、アスペクト比が $1.1 \sim 2.5$ の範囲内にある異形粉末であることである

10

20

30

40

50

。

## 【0016】

このアスペクト比が1.1より小さい場合、その粉末は球体に近似してくるので、成形時にグリーンの相対密度を高めたとしても、その反磁界係数は大きく、得られた圧粉磁心はそもそも初透磁率が低くなり、実用性の乏しいものになってしまう。

逆にアスペクト比が2.5より大きい場合は、圧粉磁心の高透磁率化に資するとはいえ、密度が低いため、印加磁界が強くなるにつれて透磁率が著減して直流重畳特性は劣化する。また、絶縁性が低下し、渦電流損が増大する。

## 【0017】

なお、ここでいうアスペクト比とは、粉末を2次元的に投影した投影像において、最長軸の長さを $L_1$ 、その長軸と直行する最短軸の長さを $L_2$ としたとき、 $L_1/L_2$ で計算される値と定義される。 10

第3の特徴は、粉末内部に残置する酸化物、表面の酸化物など酸化物形態で粉末に含有されている酸素の濃度が0.01～0.15質量%の範囲内にあることである。

## 【0018】

この酸素濃度は、圧粉磁心のヒステリシス損の大小を規定する因子である。酸素濃度が0.15質量%より高くなると、ヒステリシス損は増大し、コアロスも増大する。また、酸素濃度はゼロ%であることが最適であるが、後述する水アトマイズ法による製造過程では、溶湯から粉末に移行するいずれかの段階で酸素と不可避に接触することになるため、酸素濃度をゼロ%にすることは工業的にはできない。 20

## 【0019】

このような特徴を有する本発明の軟磁性粉末は次のようにして製造される。

まず、容器内で軟磁性合金の溶湯を製造する。用いる軟磁性合金としては、従来から圧粉磁心の原料として用いられているものであれば何であってもよく、例えば、Fe-Si-Al系、Fe-Si系、Fe-Al系、Fe-Ni系などをあげることができる。

## 【0020】

これらのうち、低廉であり、また低コアロスが得られるという点でFe-Si-Al系が好適である。具体的には、Si:7～11質量%、Al:4～8質量%、残部が実質的にFeであるものが好適である。

なお、本発明においては、上記合金を溶製し、溶湯の周囲を非酸化性雰囲気に維持する。 30

## 【0021】

ついで、溶湯を容器ノズルから噴霧する。同時に液滴に対して高圧水を噴射したのち、冷却水中に落下させて冷却・凝固する。これら噴霧時の周囲環境を非酸化性雰囲気にして酸素との接触を遮断する。

この一連の過程で、溶湯温度を選定して溶湯の粘度調整を行い、また噴霧ノズルの角度、更には水などの圧力などを適宜に選定することにより、得られる粉末の粒径、アスペクト比が調整される。

## 【0022】

## 【実施例】

Si量、Al量が異なる各種のFe-Si-Al系合金を非酸化性雰囲気中で溶製した。 40  
ついで、溶湯をノズルから噴射し、同時にその噴射流に高圧水を噴射した。得られた粉末の化学分析を行い、また $D_{50}$ 値を測定した。

ついで、各粉末100質量部に対し、水ガラス1質量部を均一に混合したのち、その混合物を温度70℃で1時間乾燥した。その後、混合物を金型に充填し、1700MPaの圧力でプレス成形して、外径28mm、内径20mm、厚み5mmのリングコアにした。

## 【0023】

ついで、Ar雰囲気中において、温度650℃で1時間の磁気焼鈍を行って圧粉磁心にした。

これら圧粉磁心の1次側に40ターン、2次側に20ターンの巻線を施し、交流B-Hアナライザーを用いて、磁束密度0.1T、周波数100kHz印加時におけるコアロスを 50

測定した。

【0024】

なお、このときに、コアロス測定値を周波数で除算し、得られた値の周波数特性曲線で周波数ゼロ ( $f = 0$ ) から算出される切片をヒステリシス損失係数として求め、このヒステリシス損失係数に測定時の周波数を乗算し、得られた値をヒステリシス損とした。また、コアロスからヒステリシス損を減算して渦電流損を求めた。

【0025】

以上の結果を一括して表1に示した。

【0026】

【表1】

	粉末				圧粉磁心			
	組成 (質量%)				初透磁率 ( $\mu'$ )	コアロス (kW/m <sup>3</sup> )	ヒステリシス 損(kW/m <sup>3</sup> )	渦電流損 (kW/m <sup>3</sup> )
	Si	Al	O	Fe				
実施例1	9.5	5.75	0.13	bal	11.0	445	88	358
実施例2	9.51	5.88	0.06	bal	10.6	322	71	252
実施例3	9.51	5.45	0.06	bal	6.4	290	75	215
実施例4	9.55	5.35	0.04	bal	28.2	460	52	412
実施例5	9.50	5.45	0.06	bal	53.5	585	41	541
実施例6	9.48	5.60	0.06	bal	10.5	315	70	245
実施例7	9.50	5.53	0.04	bal	13.1	555	88	467
実施例8	8.85	7.20	0.12	bal	10.9	438	118	319
比較例1	9.50	5.40	0.37	bal	11.4	647	270	377
比較例2	9.54	5.49	0.24	bal	11.6	579	228	351
比較例3	9.51	5.53	0.05	bal	62.0	680	40	640
比較例4	9.50	5.44	0.02	bal	13.5	320	42	278
比較例5	9.55	5.63	0.07	bal	12.9	1100	110	990
比較例6	8.85	6.92	0.20	bal	12.0	642	320	322

10

20

30

40

50

## 【0027】

表1から明らかなように、酸素濃度が本発明で測定した範囲から大きく外れている比較例1, 2, 6は、いずれもその $D_{50}$ 値は本発明で規定する範囲内にあるとはいえ、コアロス大幅に低減している。

## 【0028】

## 【発明の効果】

以上の説明で明らかなように、本発明の軟磁性粉末を用いて製造した圧粉磁心は、従来の圧粉磁心に比べてコアロスが大幅に低減している。これは、水を用いるアトマイズ法で粉末を製造する際に、溶湯（液滴）と酸素との接触を遮断して酸素濃度を低下させたことによる効果である。

---

フロントページの続き

(51)Int. Cl. <sup>7</sup>	F I	テーマコード (参考)
H O 1 F 1/147	H O 1 F 1/14 A	

(72)発明者 小川 典宏

愛知県名古屋市港区竜宮町10番地 大同特殊鋼株式会社築地工場内

Fターム(参考) 4K017 AA04 BA06 BB01 BB16 BB18 CA01 CA03 DA02 EB01 EB05  
FA03 FA17  
4K018 AA26 BA16 BB01 BB04 KA44  
5E041 AA04 CA03 NN01